

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU** **2 622 240** ⁽¹¹⁾ ⁽¹³⁾ **C1**

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ
(51) МПК
[G01T 1/00 \(2006.01\)](#)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

Статус: может прекратить свое действие (последнее изменение статуса: 08.10.2018)

(21)(22) Заявка: [2016121282](#), 30.05.2016(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
30.05.2016

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 30.05.2016

(45) Опубликовано: [13.06.2017](#) Бюл. № 17(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2449316 C2, 27.04.2012. RU
2331086 C1, 10.08.2008. RU 2531044 C1,
20.10.2014. US 8440983 B2, 14.05.2013.

Адрес для переписки:

620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19,
УрФУ, Центр интеллектуальной
собственности, Маркс Т.В.

(72) Автор(ы):

Слесарев Анатолий Иванович (RU),
Кидибаев Мустафа Мусаевич (KG),
Мамытбеков Жайлоо Кыдырович (KG),
Ши Циуфен (CN),
Иванов Владимир Юрьевич (RU),
Ивановских Константин Васильевич (RU),
Эгамбердиева Айсулуу Абдухалиловна
(KG),
Шульгин Борис Владимирович (RU)

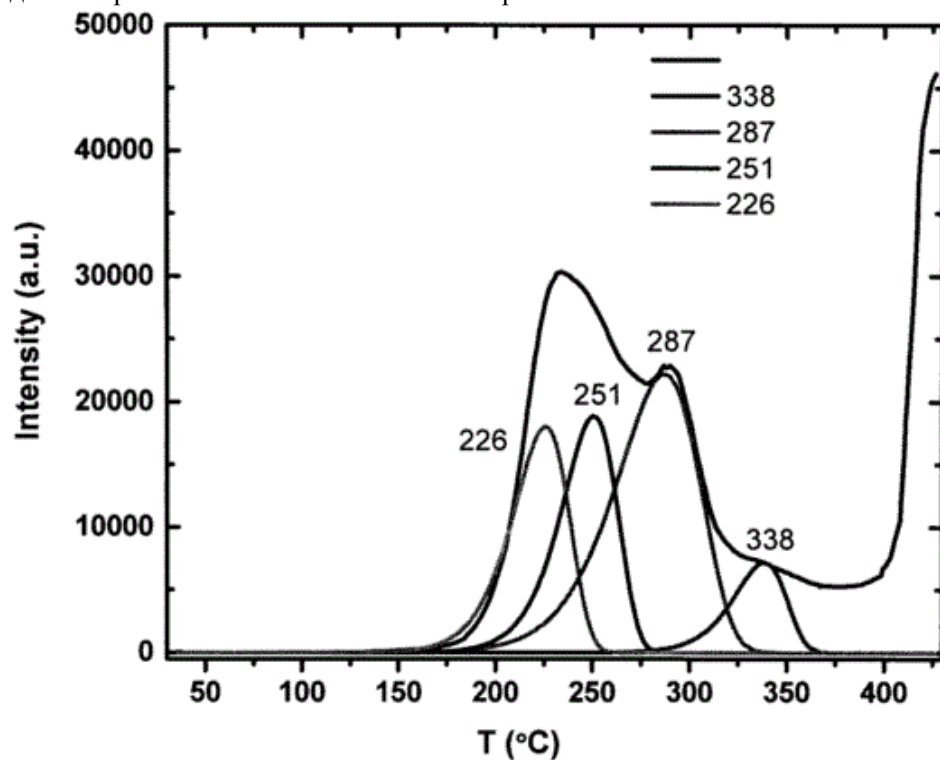
(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Уральский федеральный
университет имени первого Президента
России Б.Н. Ельцина" (RU)

**(54) РАБОЧЕЕ ВЕЩЕСТВО ДЛЯ ТЕРМОЭКЗОЭЛЕКТРОННОЙ ДОЗИМЕТРИИ
ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ЭЛЕКТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к термоэкзоэлектронной (ТЭЭ) дозиметрии электронного излучения и может быть пригодно для высокодозной дозиметрии электронного излучения высоких энергий (до 10 МэВ). Рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии электронного излучения высоких энергий на основе кристаллов фторида натрия дополнительно содержит фторид лития и хлорид меди при следующем соотношении компонентов (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2. Технический результат – обеспечение повышенной чувствительности



Фиг.1

Изобретение относится к термоэлектронной (ТЭЭ) дозиметрии электронного излучения и может быть пригодно для высокодозной дозиметрии электронного излучения высоких энергий (до 10 МэВ), используемого в технологических центрах для радиационной модификации функциональных материалов (металлы, сплавы, керамика), а также для стерилизации медицинского оборудования и материалов.

Известно рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии на основе нитрида алюминия AlN для регистрации и контроля доз гамма- и электронного излучения с энергией 150 кэВ (Патент №2282212 РФ, А.И. Слесарев, Б.В. Шульгин, Ю.Д. Афонин, А.В. Сергеев, А.В. Анипко, Д.А. Бекетов, А.Н. Черепанов, заявл. 04.05.2005; опубл. 20.08.2006. Бюл. №23). Известное рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии имеет 5 рабочих пиков ТЭЭ при температурах 78.5, 107.9, 151.4, 174 и 282 °С. Известное рабочее вещество рассчитано на накопление дозиметрической информации при комнатной температуре. Для считывания дозиметрической информации рабочее вещество нагревается до температуры, превышающей температуры пиков ТЭЭ. Недостатком известного рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии является его пригодность для регистрации электронного излучения только низкой энергии до 150 кэВ. Его применение для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения более высоких энергий до 10 МэВ неизвестно.

Известно рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения низких энергий на основе кристаллов фторида натрия, активированных ураном NaF:U,Cu: «Термостимулированная экзотермическая эмиссия кристаллов фторида лития и натрия, активированных ураном» /Слесарев А.И., Жамангулов А.А., Кидибаев М.М., Кортон В.С., Шульгин Б.В. // Письма в ЖТФ. 2000, т. 26, вып. 9. С. 60-64. Известное рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии на основе NaF:U,Cu имеет пики ТЭЭ при температурах: 42, 74, 162, 241 и 302 °С. Недостатком известного рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии является то, что его применение известно только для дозиметрии электронов с низкой энергией 1 кэВ. Применение известного рабочего вещества на основе NaF:U,Cu для дозиметрии электронного излучения высоких энергий до 10 МэВ неизвестно. Другим недостатком известного рабочего вещества для ТЭЭ дозиметрии является наличие в нем примеси токсичного урана.

Известно рабочее вещество для термоэлектронной дозиметрии ионизирующих излучений на основе кристаллов LiF (Kramer J., Angew. Z. // J. Phys, 1966, Bd.20 №5. P.441). Известное рабочее вещество для термоэлектронной дозиметрии имеет основной пик ТЭЭ при 210 °С. Однако применение известного ТЭЭ-состава на основе LiF для регистрации высокоэнергетического (10 МэВ) электронного излучения при высокодозных нагрузках (более 1 МГр) неизвестно.

Наиболее близким к заявляемому по базовой матрице является рабочее вещество для термоэлектронной дозиметрии электронного излучения на основе кристаллов фторида натрия NaF-Cu, описанное в работе «Термостимулированная

экзоэлектронная эмиссия кристаллов NaF-Cu» /Слесарев А.И., Упорова Ю.Ю., Черепанов А.Н., Кидибаев М.М., Джолдошов Б.К. // Тезисы IV Уральского семинара «Люминесцентные материалы и твердотельные детекторы ионизирующих излучений» - ТТД-2008. Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2008, с. 105-106. В этой работе кривые ТЭЭ измерены для образцов NaF-Cu, облученных электронами с энергией 150 кэВ.

В кривых ТЭЭ кристаллов NaF-Cu наблюдаются 4 пика ТЭЭ при удобных для быстрого считывания информации невысоких рабочих температурах 342 К (69°C), 370 К (97°C), 400 К (127°C) и 457 К (184°C).

Однако применение известного ТЭЭ-состава на основе NaF-Cu для регистрации высокоэнергетического (до 10 МэВ) электронного излучения при высокодозных радиационных нагрузках (до 2 МГр) неизвестно.

Задачей изобретения является разработка на основе базовой матрицы NaF:Cu нового рабочего вещества для ТЭЭ-дозиметрии электронного излучения высоких энергий (до 10 МэВ) при высокодозовых радиационных нагрузках (до 2 МГр), обладающего повышенной интенсивностью пиков ТЭЭ, повышенным интегральным выходом экзоэлектронной эмиссии и, соответственно, повышенной чувствительностью дозиметрического тракта для снятия дозиметрической информации.

Поставленная задача решается за счет того, что рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий (10 МэВ) содержит фторид натрия с добавлением фторида лития и хлорида меди при следующем соотношении компонентов (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2.

Имея такой состав, предлагаемое рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий обладает повышенной интенсивностью пиков ТЭЭ в области 250-350°C, повышенным интегральным выходом экзоэлектронной эмиссии в области температур термостимуляции и, соответственно, повышенной чувствительностью дозиметрического тракта для снятия информации.

Пример 1. Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии.

Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий (10 МэВ), содержащее фторид натрия с активаторами, имеющее состав (мол. %): NaF:1Li, 0,1 Cu.

Рабочее вещество использовалось в виде кристаллов NaF:1Li, 0,1 Cu, выращенных методом Киропулоса в платиновом тигле на воздухе из реактивов особой чистоты. Выращенные кристаллы имели цилиндрическую форму длиной несколько сантиметров. Для измерений ТЭЭ из этих кристаллов выкалывались кристаллические пластинки стандартного размера 5×5 мм.

Облучение образцов NaF:0,1Cu электронами проведено на ускорителе электронов (микротрон) кафедры экспериментальной физики УрФУ. Энергия электронов 10 МэВ. Мишень с образцами в виде пластинок располагалась в 3-х сантиметрах от выходного окна ускорителя. На этом расстоянии образцы за одну минуту получали дозу, равную 15-16 кГр, которая определялась с помощью стандартных пленочных дозиметров типа СО ПД(Ф)Р-5/50. Поскольку такие пленочные дозиметры (на основе сополимера с феназиновым красителем) пригодны для измерения доз только до 50 кГр, более высокие дозы облучения образцов, дозы 0,75 и 2 МГр, обеспечивались путем выбора необходимого времени облучения: 50 минут и 133 минуты.

Измерения ТЭЭ выполнены на автоматизированном экзоэмиссионном спектрометре в вакууме $\sim 10^{-4}$ Па, имеющем канал термостимуляции, обеспечивающий линейный нагрев образцов в интервале 25-530°C в стандартном диапазоне скоростей нагрева 0,1-1 град/с. Для детектирования электронов использован вторичный электронный умножитель ВЭУ-6. Спектрометр имеет вычислительную управляющую систему, выполненную в стандарте КАМАК.

Кристаллы NaF:1Li, 0,1 Cu были облучены электронами с энергией 10 МэВ, доза 750 кГр и 2 МГр. Кривые ТЭЭ для этого состава приведены на Фиг. 1 и Фиг. 2. Добавление примеси лития привело к сдвигу пиков ТЭЭ в сторону более высоких температур. На Фиг. 1 и Фиг. 2 указаны позиции пиков, полученные путем разложения кривых ТЭЭ на составляющие.

Реально основные пики ТЭЭ для дозы облучения 750 кГр зафиксированы при температурах 230°C с интенсивностью 30000 отн. ед. (основной пик) и при 287°C с интенсивностью 22000 отн. ед. Предложенный состав NaF:1Li, 0,1 Cu при работе с электронным излучением, 10 МэВ, дозой до 750 кГр отличается весьма высоким интегральным выходом экзоэлектронной эмиссии.

Для дозы 2 МГр основной пик ТЭЭ наблюдается при 330°C. Очевидно, что при переходе к более высокой дозе электронного облучения (2 МГр) в кристаллах NaF:1Li, 0,1 Cu происходит перезаселение ловушек, ответственных за пики ТЭЭ, в

пользу более глубокой, ответственной за высокотемпературную полосу при 330°C. Интенсивность основного пика снизилась до 11000 отн. ед. Несмотря на наблюдаемое снижение интенсивности основного пика ТЭЭ, интегральный выход экзoeлектронной эмиссии в области 250-350°C оказывается (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2, достаточно высоким для уверенной регистрации дозиметрической информации при дозовой нагрузке 2 МГр.

Примеры 2,3. Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии.

Рабочие вещества для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий (10 МэВ), содержащие фторид натрия с добавлением фторида лития и хлорида меди в пределах концентраций (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2.

Режимы выращивания вышеуказанных образцов рабочих веществ для ТЭЭ дозиметрии, а также режимы подготовки образцов к облучению и режимы облучения были такие же, как в примере 1. Измерения показали, что вышеуказанные образцы имеют (в рамках погрешности) характеристики пиков ТЭЭ, близкие к таковым для состава в Примере 1, которые были приведены на Фиг. 1 и Фиг. 2. Основные пики ТЭЭ для дозы облучения 750 кГр зафиксированы при температурах 230-235°C с интенсивностью 28000-31000 отн. ед. (основной пик) и при 280-287°C с интенсивностью 21000-22000 отн. ед. Предложенные составы для ТЭЭ-дозиметрии (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2 пригодны для использования в качестве рабочих веществ для ТЭЭ дозиметрии при работе с электронным излучением с энергией 10 МэВ для дозы до 750 кГр, с наиболее высоким интегральным выходом экзoeлектронной эмиссии. Они пригодны для использования в качестве рабочих веществ для ТЭЭ дозиметрии и при работе с электронным излучением с энергией 10 МэВ для дозы до 2 МГр. Интенсивность пиков ТЭЭ и интегральный выход экзoeлектронной эмиссии при дозе 2 МГр снижаются, как и в примере 1, однако они обеспечивают достаточно уверенную регистрацию дозиметрической информации.

Пример 4. Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии.

Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий (10 МэВ), содержащее фторид натрия с активаторами, имеющее состав (мол. %): NaF 98,89, LiF 0,1, CuCl₂ 0,01.

Режимы выращивания образцов рабочих веществ для ТЭЭ дозиметрии, а также режимы подготовки образцов к облучению и режимы облучения такие же, как в примерах 1-3. Измерения характеристик ТЭЭ образцов проведены при соблюдении тех же условий термостимуляции, как и в примерах 1-3. Кривые термостимулированной экзoeлектронной эмиссии кристаллов NaF:1Li, 0,01Cu, облученных электронами с энергией 10 МэВ, доза 750 кГр, приведены на Фиг. 3. Для кристаллов NaF:1Li, 0,01Cu максимумы полос ТЭЭ расположены при 163, 228, 254, 285 и 322°C. Полосы 228 и 254°C проявляются в спектре ТЭЭ как единый пик при 237°C, который, как хорошо видно из Фиг. 3, является доминирующим.

Как показали измерения, снижение содержания меди в рабочем веществе для ТЭЭ-дозиметрии до уровня ниже заявленной концентрации, в примере 4 до уровня 0,1-0,2 мол. %, снижает в три раза интенсивность пиков экзoeмиссии и, соответственно, снижает интегральный выход экзoeлектронной эмиссии.

Пример 5. Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии.

Рабочее вещество для ТЭЭ дозиметрии электронного излучения высоких энергий (10 МэВ), содержащее активированный медью фторид натрия, имеет состав (мол. %): NaF 99,9, CuCl₂ 0,1. (Примесь лития отсутствует.)

Режимы выращивания образцов рабочих веществ для ТЭЭ дозиметрии, имеющих состав NaF 99,9, CuCl₂ 0,1 (мол. %), а также режимы подготовки образцов к облучению и режимы облучения такие же, как в примерах 1-4. Измерения характеристик ТЭЭ образцов проведены при соблюдении тех же условий термостимуляции, как и в примерах 1-4.

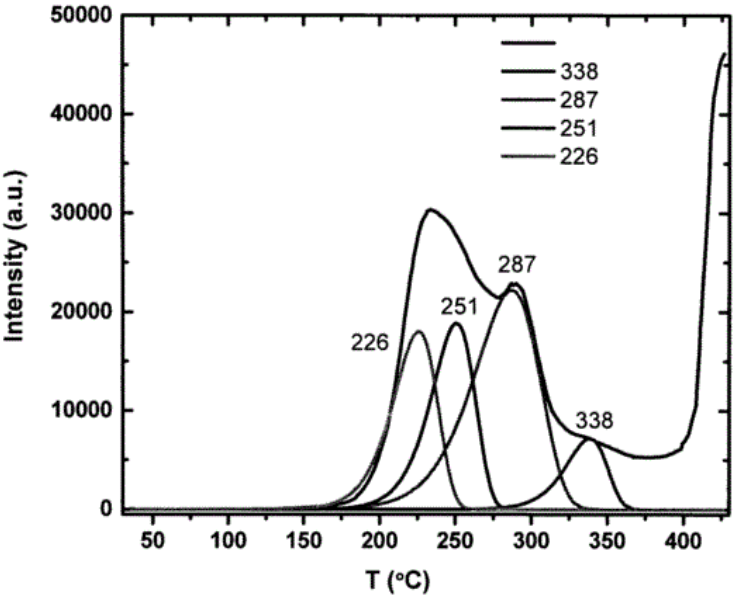
На Фиг. 4 приведены кривые ТЭЭ для состава NaF:0,1 Cu. Имеется один основной пик ТЭЭ при температуре 198°C. Интенсивность пика ТЭЭ при 293°C очень низкая. По причине наличия одного основного пика ТЭЭ при 198°C состав NaF:0,1 Cu является почти идеальным ТЭЭ-датчиком, не требующим нагрева до высоких температур. Интенсивность его рабочего пика ТЭЭ 14000 отн. ед. Примерно такая же интенсивность пиков ТЭЭ наблюдается и для кристаллов NaF:1Li, 0,1 Cu, облученных электронами с энергией 10 МэВ, при той же дозе 2 МГр, Фиг. 2. Однако для них интегральный выход экзoeлектронной эмиссии в области рабочих температур термостимуляции в полтора-два раза выше.

Технический результат: предлагаемое рабочее вещество, имеющее состав (мол. %): NaF 98,3-98,9, LiF 1-1,5, CuCl₂ 0,1-0,2, для термоэкзоэмиссионной высокодозной дозиметрии электронного излучения высоких энергий обладает повышенным интегральным выходом экзоэлектронной эмиссии в области рабочих температур термостимуляции, что обеспечивает повышенную чувствительность дозиметрического тракта.

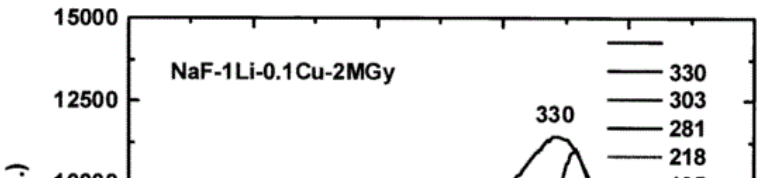
Формула изобретения

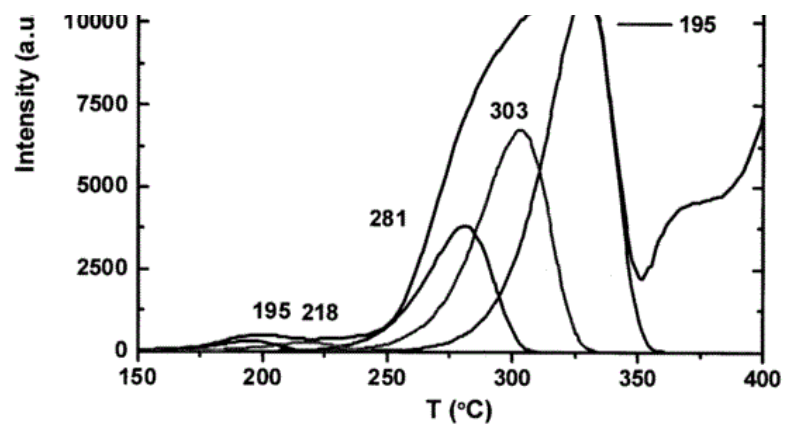
Рабочее вещество для термоэкзоэлектронной дозиметрии электронного излучения высоких энергий на основе кристаллов фторида натрия, отличающееся тем, что оно дополнительно содержит фторид лития и хлорид меди при следующем соотношении компонентов (мол. %):

NaF	98,3-98,9
LiF	1-1,5
CuCl ₂	0,1-0,2

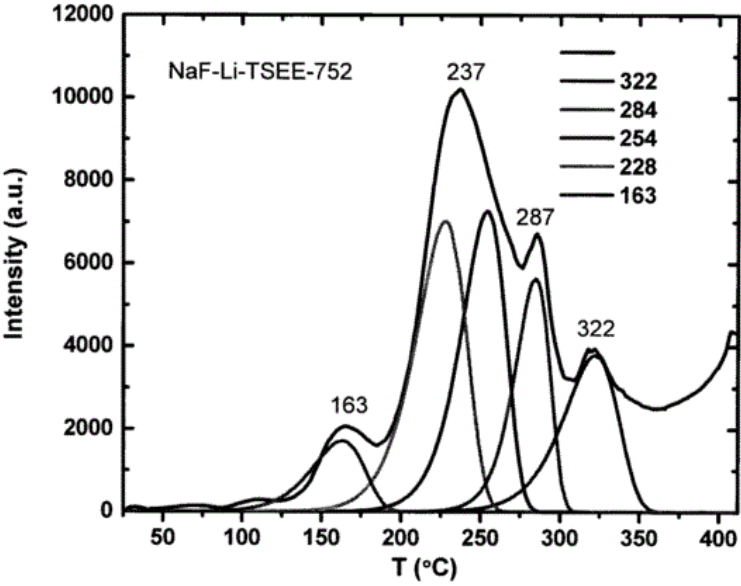


Фиг.1

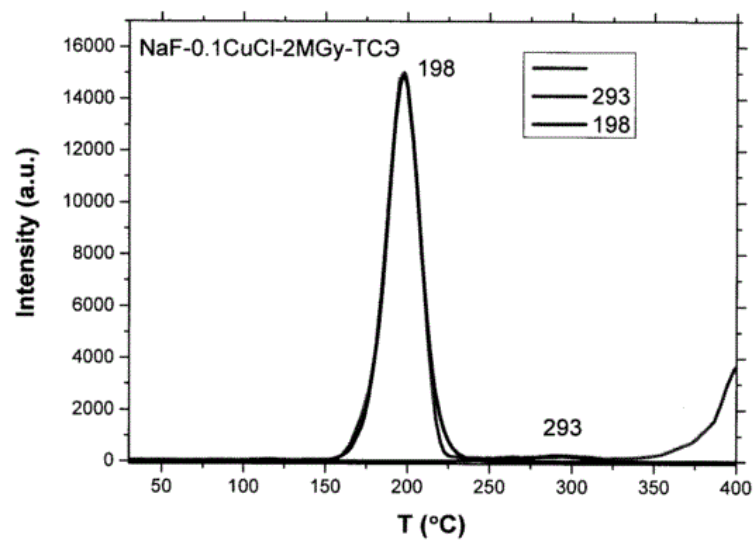




Фиг.2



Фиг.3



Фиг.4